

BREVETOME

10/581978

AP20 Rec'd PCT/PTO 06 JUN 2006

TRADEMARKS - MARQUES - DESIGNS - DESSINS & MODELES

BUREAU DE PARIS
PARIS HEAD OFFICE

Date : 14 octobre 2005

OFFICE EUROPEEN DES BREVETS
Patentlaan 2
2288 EE RIJSWIJK
PAYS-BAS

OBJET : Demande de brevet international
N° PCT/FR 2004/050712

N/REF. : B 14465.3 SL
1492/SL/FD

Réponse à l'Opinion Ecrite émise par l'Administration chargée de la Recherche Internationale
aux fins de la procédure selon le Chapitre II du PCT

Messieurs,

Vous trouverez ci-après notre réponse à l'Opinion Ecrite émise par l'Administration chargée de la Recherche Internationale pour la demande internationale PCT ci-dessus référencée.

* * *

1. Nous partageons pleinement l'opinion de l'examinateur selon laquelle la mousse polyHIPE, objet de la revendication 1 de la demande en instance, est nouvelle au regard du document D1 (US-A-5,770,634).

Par contre, nous ne saurions suivre l'examinateur lorsqu'il affirme que cette mousse serait dénuée d'activité inventive au regard de ce même document.

Les raisons en sont les suivantes.

La mousse polyHIPE telle que définie dans la revendication 1 de la demande en instance est caractérisée par la combinaison de trois caractéristiques, à savoir :

- * celle d'être formée d'un polymère réticulé exclusivement hydrocarboné, à base de monomères styréniques,
- * celle de présenter une densité de 40 à 260 mg/cm³, et
- * celle de présenter des cellules d'un diamètre moyen au plus égal à 10 µm.

3, RUE DU DOCTEUR LANCEREAUX-75008 PARIS TEL : 33 (0)1 53 83 94 00 FAX : 33 (0)1 45 63 83 33

www.brevalex.com

LE BREVET EUROPEEN - BP 1009 - 38000 GRENOBLE TEL : 33 (0)4 77 10 08 10 FAX : 33 (0)4 77 10 08 11

@ brevets.patents@brevalex.com
marques.trademarks@brevalex.com

Or, il résulte d'une lecture de D1 que, pour réaliser une mousse présentant ces trois caractéristiques à partir de l'enseignement de ce document, il convient d'effectuer une **triple démarche**.

En effet, il convient, en premier lieu, de ne retenir, parmi tous les monomères cités dans D1, que les monomères styréniques, alors même que ce document ne contient aucune incitation à réaliser plus particulièrement une mousse qui serait formée d'un polymère exclusivement hydrocarboné et ne décrit, dans les 16 exemples qu'il comporte, que des mousses qui renferment de l'acrylate de 2-éthylhexyle et ce, dans des proportions relativement importantes (de 38 à 60%).

Il convient, en second lieu, de modifier substantiellement, dans le sens d'une hausse, la gamme des densités susceptibles d'être présentées par les mousses de D1 puisque ces dernières peuvent avoir une densité de 6 à 50 mg/cm³, alors que la mousse selon l'invention présente une densité de 40 à 260 mg/cm³.

Il convient, enfin, de modifier substantiellement mais, cette fois, dans le sens d'une baisse, la gamme des tailles susceptibles d'être présentées par les cellules des mousses de D1 puisque ces dernières peuvent avoir des cellules de 5 à 80 µm, alors que la mousse selon l'invention présente des cellules dont la taille moyenne est au plus égale à 10 µm.

Il en résulte que, contrairement à ce qu'affirme l'examinateur, la mousse selon l'invention ne saurait être considérée comme la solution à un problème qui aurait simplement consisté à fournir une alternative aux mousses décrites dans D1.

En fait, la mousse selon l'invention est une mousse différente des mousses proposées dans D1 et ses caractéristiques n'ont été choisies ni de manière arbitraire, ni dans l'optique de fournir une mousse de remplacement aux mousses de D1, mais en fonction de l'usage pour lequel elle a été initialement développée et qui est celui de servir à la réalisation de cibles pour l'étude des phénomènes de fusion par confinement inertiel.

Or, pour cet usage, qui est expressément mentionné page 1, lignes 22-24, de la demande en instance, les inventeurs s'étaient fixé pour objectif d'obtenir des mousses présentant à la fois un degré de pureté le plus élevé possible – ce qui est le cas de la mousse selon l'invention en raison notamment de ce qu'elle est formée d'un polymère exclusivement hydrocarboné – et une taille de cellules la plus faible possible.

Il est à noter que l'utilisation de mousses polyHIPE pour la réalisation de cibles destinées à l'étude des phénomènes de fusion par confinement inertiel et les exigences auxquelles doivent satisfaire ces mousses pour cette utilisation ne sont pas du tout envisagées dans D1, ni d'ailleurs dans aucun des documents cités dans le Rapport de Recherche Internationale.

Il s'ensuit que l'homme du métier ne pouvait trouver ni dans D1, ni dans les documents cités dans le Rapport de Recherche Internationale, une incitation à réaliser une mousse selon l'invention.

Par ailleurs, contrairement à ce que laisse entendre l'examinateur, les différences que comporte la mousse selon l'invention par rapport aux mousses décrites dans D1 ne

sauraient être réduites à un simple changement de composition du polymère entrant dans leur constitution.

En particulier, la taille des cellules particulièrement faible de la mousse selon l'invention n'est nullement liée au type de monomères utilisés pour former les mousses mais résulte de l'application à l'émulsion à partir de laquelle elle est obtenue d'un cisaillement qui permet de réduire considérablement la taille des bulles de cette émulsion.

Or, force est de constater qu'on ne trouve nulle indication ou suggestion d'un tel cisaillement dans la description générale et les exemples de D1.

Ainsi, s'il n'est pas contestable que les mousses proposées par D1 peuvent, selon la description générale de ce document, avoir des cellules de 5 à 80 μm , il est, par contre, hautement douteux que la taille des cellules des mousses décrites dans les exemples de D1 se situe dans la partie basse de cette fourchette.

On note d'ailleurs que D1 est totalement muet sur la taille réellement présentée par les cellules des mousses décrites dans ses exemples, contrairement à la demande en instance qui décrit la préparation de trois exemples de mousse dont les cellules ont effectivement un diamètre moyen inférieur à 10 μm et même inférieur à 5 μm .

Enfin, nous souhaitons attirer l'attention de l'examinateur sur le fait qu'il est de principe constant, notamment à l'OEB, que l'activité inventive ne s'analyse pas *a posteriori*, c'est-à-dire en se prévalant de la connaissance de l'invention et en recherchant s'il était possible d'arriver à cette invention à partir d'un ou plusieurs documents de l'état de la technique (voir notamment les jurisprudences des Chambres de Recours Techniques de l'OEB T24/81, T564/89 et T645/92 qui édictent une telle analyse comme étant inadmissible).

Or, l'affirmation de l'examinateur selon laquelle il était évident, pour un homme du métier, de réaliser la mousse selon l'invention parce qu'il savait que les propriétés d'une mousse peuvent être influencées par la composition chimique du polymère et qu'il était, donc, possible de fournir des alternatives à D1 en modifiant la composition du mélange des monomères relève, à notre sens, d'une analyse à la fois trop simpliste et faite totalement *a posteriori*.

Concernant le procédé, objet de la revendication 6 de la demande en instance, celui-ci doit être reconnu comme impliquant une activité inventive au regard de D1 dans la mesure où il vise à fabriquer une mousse polyHIPE qui implique, elle-même, une activité inventive au regard de ce document, comme cela vient d'être démontré.

Par ailleurs, il s'avère que le document D2 (WO-A-01/27165) :

- ne décrit pas de mousses polyHIPE qui seraient formées d'un polymère exclusivement hydrocarboné,
- est muet sur leur densité,
- vise essentiellement à réduire la dispersion de la taille des cellules de mousses polyHIPE plutôt que la taille elle-même de ces cellules, et

— ne décrit, dans ses exemples, que des mousses ayant un diamètre supérieur à 10 μm et, donc, supérieur au diamètre moyen présenté par les cellules de la mousse selon l'invention.

Aussi, D2, considéré seul ou en combinaison avec D1, n'est-il pas susceptible de porter atteinte à l'activité inventive de la mousse, objet de la revendication 1 de la demande en instance et, *a fortiori*, du procédé, objet de la revendication 6 de cette même demande.

2. Vous trouverez ci-joint :

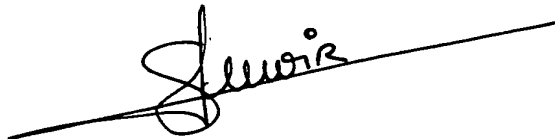
- de nouvelles pages 3, 4, 8-10 de description dans lesquelles nous avons remplacé le terme "microns" par "micromètres",
- une nouvelle page 17 de revendications dans laquelle nous avons également remplacé le terme "microns" par "micromètres" (revendications 1 et 4), et
- de nouvelles pages 19 et 20 dans lesquelles nous avons clarifié la revendication 16 en remplaçant "présente dans" par "utilisée pour préparer".

* * *

La présente réponse étant déposée conjointement avec une requête en Examen Préliminaire International, nous saurions gré à l'Administration chargée de cet Examen de tenir compte des observations ci-dessus pour établir le Rapport d'Examen Préliminaire International.

Nous vous prions d'agréer, Messieurs, nos salutations distinguées.

Veuillez agréer, Messieurs, l'expression de nos salutations distinguées.



Sophie LENOIR

absorbants jetables (US-A-5,331,015 [1]), d'articles isolants (US-A-5,770,634 [2]) et de membranes et de dispositifs de filtration (WO-A-97/37745 [3]).

5 Afin d'élargir encore leur potentiel d'applications, les Inventeurs se sont fixés pour but de fournir des mousses polyHIPE qui présentent des cellules d'un diamètre le plus faible possible tout en conservant une basse densité.

10 Ils se sont, de plus, fixés pour but de fournir des mousses polyHIPE qui aient, outre les propriétés précitées, celles de présenter un très haut degré de pureté et d'être réalisables par un procédé simple à mettre en oeuvre et économiquement compatible avec une fabrication à une échelle industrielle.

15

EXPOSÉ DE L'INVENTION

Ces buts, et d'autres encore, sont atteints par la présente invention qui propose une mousse polyHIPE formée d'un polymère réticulé exclusivement hydrocarboné, à base de monomères styréniques, et qui
20 présente une densité de 40 à 260 mg/cm³ ainsi que des cellules d'un diamètre moyen inférieur ou égal à 10 micromètres.

Selon une première disposition avantageuse de
25 l'invention, le polymère est un copolymère de styrène et de divinylbenzène.

Ce copolymère peut notamment être obtenu à partir de monomères de styrène et de divinylbenzène commercialement disponibles, auquel cas le divinyl-
30 benzène est constitué d'un mélange des trois formes

isomériques ortho, méta et para avec une prédominance de la forme méta.

Avantageusement, dans ce copolymère, le rapport massique du styrène au divinylbenzène est
5 compris entre 5 et 1, et est, de préférence, égal à 4 ou sensiblement égal à 4.

Conformément à l'invention, la mousse présente, préférentiellement, des cellules d'un diamètre moyen compris entre 1 et 5 micromètres.

10 Selon une autre disposition avantageuse de l'invention, la mousse présente un taux massique d'impuretés inférieur à 3%, voire à 2%, c'est-à-dire que les éléments présents dans cette mousse autres que le carbone et l'hydrogène constitutifs du polymère,
15 représentent moins de 3%, voire moins de 2%, en masse de la masse de ladite mousse.

Une mousse conforme à l'invention peut notamment être obtenue en introduisant, dans un procédé conventionnel de polymérisation en émulsion à phase
20 interne hautement concentrée, une étape additionnelle qui consiste à soumettre l'émulsion à un cisaillement pour réduire le diamètre des bulles d'eau qu'elle renferme, avant de procéder à la polymérisation.

Aussi, l'invention a-t-elle également pour
25 objet un procédé de fabrication d'une mousse polyHIPE telle que précédemment définie, qui comprend les étapes suivantes :

a) réaliser une émulsion entre une phase organique comprenant des monomères styréniques
30 exclusivement hydrocarbonés et un agent tensio-actif, et une phase aqueuse comprenant un électrolyte et un

d'extraction par un alcool, par exemple dans un extracteur Soxhlet.

L'alcool utilisé au cours de ces opérations est, de préférence, l'éthanol.

5 Conformément à l'invention, le séchage de la mousse est, de préférence, réalisé dans une étuve, à une température de l'ordre de 60°C, par exemple pendant une douzaine d'heures.

10 D'autres caractéristiques et avantages de l'invention apparaîtront mieux à la lecture du complément de description qui suit, qui est donnée bien entendu à titre illustratif et non-limitatif, et en référence aux dessins annexés.

15 **BRÈVE DESCRIPTION DES DESSINS**

 La figure 1 représente trois photographies prises au microscope électronique à balayage sur un échantillon d'un premier exemple de mousse conforme à l'invention, la partie A correspondant à un
20 grossissement de X28, la partie B à un grossissement de X127 et la partie C à un grossissement de X1960.

 La figure 2 représente, sous forme d'un histogramme, la fréquence (F) des cellules d'un échantillon du premier exemple de mousse illustré sur
25 la figure 1 en fonction du diamètre (D) de ces cellules, exprimé en micromètres.

 La figure 3 représente, sous forme d'un histogramme, la fréquence (F) des pores d'un échantillon du premier exemple de mousse illustré sur
30 la figure 1 en fonction du diamètre (D) de ces pores, exprimé en micromètres.

La figure 4 représente trois photographies prises au microscope électronique à balayage sur un échantillon d'un deuxième exemple de mousse conforme à l'invention, la partie A correspondant à un grossissement de X32,3, la partie B à un grossissement de X126 et la partie C à un grossissement de X1990.

La figure 5 représente, sous forme d'un histogramme, la fréquence (F) des cellules d'un échantillon du deuxième exemple de mousse illustré sur la figure 4 en fonction du diamètre (D) de ces cellules, exprimé en micromètres.

La figure 6 représente, sous forme d'un histogramme, la fréquence (F) des pores d'un échantillon du deuxième exemple de mousse illustré sur la figure 4 en fonction du diamètre (D) de ces pores, exprimé en micromètres.

La figure 7 représente trois photographies prises au microscope électronique à balayage sur un échantillon d'un troisième exemple de mousse conforme à l'invention, la partie A correspondant à un grossissement de X30,9, la partie B à un grossissement de X129 et la partie C à un grossissement de X1940.

La figure 8 représente, sous forme d'un histogramme, la fréquence (F) des cellules d'un échantillon du troisième exemple de mousse illustré sur la figure 7 en fonction du diamètre (D) de ces cellules, exprimé en micromètres.

La figure 9 représente, sous forme d'un histogramme, la fréquence (F) des pores d'un échantillon du troisième exemple de mousse illustré sur

la figure 7 en fonction du diamètre (D) de ces pores, exprimé en micromètres.

EXPOSÉ DETAILLE DE MODES DE REALISATION PARTICULIERS

5

Exemple 1 :

On réalise un lot d'échantillons d'un premier exemple de mousse polymère conforme à l'invention en suivant le protocole opératoire ci-après.

10

Dans un premier temps, on prépare une phase organique comprenant 12,9 g de styrène (Société Aldrich), 3,2 g de divinylbenzène (Société Aldrich) et 4 g de monooléate de diglycérile (DCMO-CV de la société NIKKOL).

15

On introduit cette phase organique dans la cuve d'un réacteur de chimie en verre à double enveloppe dans laquelle circule un fluide caloporteur, en l'espèce de l'eau maintenue à 20°C par un bain thermostaté. Le réacteur est refermé par un couvercle étanche percé de 4 rodages dont un rodage central permet le passage d'un arbre d'agitation et deux rodages latéraux servent à connecter le réacteur respectivement à l'extrémité d'une ampoule de coulée isobare et à une pompe à vide.

20

25

On prépare parallèlement une phase aqueuse comprenant 0,2 g de sulfate d'aluminium (société Aldrich) et 0,6 g de persulfate de sodium (société Aldrich) dans 299,2 ml d'eau ultrapure, de résistivité égale à 18,2 MΩ.

30

Cette phase aqueuse est introduite dans la cuve du réacteur par l'intermédiaire de l'ampoule de

REVENDICATIONS

1. Mousse polymère obtenue par polymérisation en émulsion à phase interne hautement concentrée, qui
5 est formée d'un polymère réticulé exclusivement hydrocarboné, à base de monomères styréniques, et qui présente une densité de 40 mg/cm^3 à 260 mg/cm^3 ainsi que des cellules d'un diamètre moyen inférieur ou égal à 10 micromètres.
10
2. Mousse polymère selon la revendication 1, dans laquelle le polymère est un copolymère de styrène et de divinylbenzène.
- 15 3. Mousse polymère selon la revendication 2 ou la revendication 3, dans laquelle le rapport massique du styrène au divinylbenzène est compris entre 5 et 1.
- 20 4. Mousse polymère selon l'une quelconque des revendications précédentes, qui présente un diamètre moyen de cellules compris entre 1 et 5 micromètres.
- 25 5. Mousse polymère selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans laquelle les éléments autres que le carbone et l'hydrogène constitutifs du polymère représentent moins de 3% en masse de la masse de la mousse.

10. Procédé selon l'une quelconque des revendications 6 à 9, dans lequel l'agent tensio-actif est du monooléate de diglycéryle.

5 11. Procédé selon l'une quelconque des revendications 6 à 10, dans lequel l'agent tensio-actif représente de 13 à 20% en masse de la masse de la phase organique.

10 12. Procédé selon l'une quelconque des revendications 6 à 11, dans lequel l'électrolyte est du sulfate d'aluminium.

15 13. Procédé selon l'une quelconque des revendications 6 à 12, dans lequel l'électrolyte représente de 0,05 à 2% en masse de la masse de la phase aqueuse.

20 14. Procédé selon l'une quelconque des revendications 6 à 13, dans lequel l'initiateur de polymérisation est du persulfate de sodium.

25 15. Procédé selon l'une quelconque des revendications 6 à 14, dans lequel l'initiateur de polymérisation représente de 0,1 à 2% en masse de la masse de la phase aqueuse.

30 16. Procédé selon l'une quelconque des revendications 6 à 15, dans lequel l'eau utilisée pour

préparer la phase aqueuse est de l'eau présentant une résistivité d'environ 18,2 mégaohms.

5 17. Procédé selon l'une quelconque des revendications 6 à 16, dans lequel l'étape b) est réalisée en injectant l'émulsion dans un récipient au moyen d'une seringue reliée à un pulseur apte à délivrer une pression supérieure à la pression atmosphérique.

10

18. Procédé selon la revendication 17, dans lequel le récipient est un moule ayant la forme et les dimensions de la mousse devant être fabriquée.

15

19. Procédé selon la revendication 17 ou la revendication 18, dans lequel la seringue est munie d'une aiguille présentant un diamètre interne de 150 μm à 1 mm.

20

20. Procédé selon l'une quelconque des revendications 6 à 19, dans lequel la polymérisation des monomères est réalisée à une température de l'ordre de 30 à 70°C.

25

21. Procédé selon l'une quelconque des revendications 6 à 20, dans lequel le lavage de la mousse comprend une ou plusieurs opérations de trempage de cette mousse dans de l'eau, suivies d'une ou plusieurs opérations de trempage dans un alcool, elles-mêmes suivies d'une ou plusieurs opérations d'extraction par un alcool.

30